

ADDITIVE FOR POWDER METALLURGY AND PRODUCTION OF SINTERED COMPACT

Patent number: JP10046201
Publication date: 1998-02-17
Inventor: NARISAWA YASUSHI; ABE HISAO
Applicant: NIKKO GOULD FOIL KK
Classification:
- international: B22F3/02
- european:
Application number: JP19960216109 19960729
Priority number(s): JP19960216109 19960729

Report a data error here

Abstract of JP10046201

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a powder metallurgical means capable of stably furnishing a high-quality sintered compact product without spoiling the appearance of the product or damaging the wall of a sintering furnace. **SOLUTION:** An additive composed of an org. acid-cobalt metallic soap is admixed with a powder for powder metallurgy to improve the lubricity of the raw powder and to improve the strength of a sintered compact product. Further, an additive composed of an org. acid-cobalt metallic soap is admixed with the raw powder (cuprous metallic powder, etc.) preferably by 0.1-2.0wt.%, and the mixed powder is molded and sintered to obtain a sintered compact.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-46201

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月17日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 3/02			B 2 2 F 3/02	M

審査請求 未請求 請求項の数6 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平8-216109	(71) 出願人	591007860 日鉱グールド・フォイル株式会社 東京都港区虎ノ門2丁目10番1号
(22) 出願日	平成8年(1996) 7月29日	(72) 発明者	成澤 靖 茨城県日立市白銀町3丁目3番1号 日鉱 グールド・フォイル株式会社日立工場内
		(72) 発明者	阿部 尚生 茨城県日立市宮田町3453
		(74) 代理人	弁理士 今井 毅

(54) 【発明の名称】 粉末冶金用添加剤並びに焼結体の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 製品の外観汚染や焼結炉の炉壁損傷を引き起こすことなく高品質の焼結体製品を安定提供できる粉末冶金手段を確立する。

【構成】 粉末冶金用原料粉末に添加・混合して原料粉末の潤滑性向上効果、焼結体製品の強度向上効果を確保するための添加剤（潤滑剤、潤滑性及び製品強度向上剤）を、有機酸コバルト金属石けんから成る構成とする。また、粉末冶金用原料粉末（銅系金属粉末、銅系金属粉末等）に“有機酸コバルト金属石けんを成分とする添加剤”を好ましくは 0.1～2.0重量%添加して混合し、この混合粉末を金型成形し焼結して焼結体を製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 有機酸コバルト金属石けんを成分とする、粉末冶金用原料粉末への添加剤。

【請求項2】 有機酸コバルト金属石けんを成分とする、粉末冶金用原料粉末へ添加する潤滑剤。

【請求項3】 粉末冶金用原料粉末に有機酸コバルト金属石けんを成分とする添加剤を添加して混合し、この混合粉末を金型成形してから焼結することを特徴とする、焼結体の製造方法。

【請求項4】 粉末冶金用原料粉末が銅系金属の粉末冶金材料である、請求項3に記載の焼結体の製造方法。

【請求項5】 粉末冶金用原料粉末が鉄系金属の粉末冶金材料である、請求項3に記載の焼結体の製造方法。

【請求項6】 粉末冶金用原料粉末に対する有機酸コバルト金属石けんの添加割合を0.1～2.0重量%とする、請求項3乃至5の何れかに記載の焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、粉末冶金用原料粉末への添加剤並びに該添加剤を使用して焼結体を製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来技術とその課題】金属の粉末を原料とし、これを金型により所要形状に圧縮成形して得た圧粉体を加熱・焼結し焼結材とする粉末冶金は、今や溶製が困難な材質から成る部品や多孔質部品あるいは複雑形状部品等を製造するために欠かせない技術の1つとなっている。

【0003】ところで、粉末冶金法によって焼結体を製造する際には、まず当該焼結体の組成に合わせて1種又は複数の成分の粉末原料を必要な割合となるように混合して原料粉末を作成するが、通常、この粉末原料の混合に先立ち、金型成形時における原料粉末の潤滑性を改善して圧縮効果を向上させるべく“潤滑剤”を添加することが行われている。

【0004】これは、上述の如く粉末原料に潤滑剤を添加して混合・調整された粉末冶金用原料粉末では、金型中での圧縮過程において粒子の移動や変形が円滑に進行するので圧粉体の密度分布が均一となる上に平均密度も高くなり、更には金型から圧粉体を取り出す際に圧粉体が割れる率が減って歩留りが良くなるばかりか、寸法精度や表面光沢が増して品質向上に役立つ等といった好ましい特性が発揮されるからである。

【0005】なお、添加する潤滑剤としてはパラフィン、オレイン酸ベンゾール溶液、ステアリン酸亜鉛、黒鉛グリース、合成樹脂等が知られているが、潤滑性の良さから近年ではステアリン酸亜鉛が最も広く使用されるようになっている。

【0006】ところが、粉末冶金用潤滑剤としてのステアリン酸亜鉛は成形体の焼結過程において気化し亜鉛化合物を放出するという物性を有しており、最近、この放

出された亜鉛化合物が焼結体に付着して製品の外観を汚染したり焼結炉の内壁に付着して炉壁を損傷することが問題視されるようになってきた。

【0007】このようなことから、本発明が目的としたのは、製品の汚染や焼結炉の炉壁損傷を引き起こすことなく高品質の焼結体製品を安定提供できる粉末冶金手段を確立することであった。

【0008】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者等は上記目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、次に示すような知見を得ることができた。

a) これまで、工業的な実用例としてはラジアルタイヤ用バインダー剤等が知られているだけで粉末冶金材料としては一顧だにされることもなかった“有機酸コバルト金属石けん”は、粉末冶金用潤滑剤として市販のステアリン酸亜鉛と同等の潤滑性を発揮する上、ステアリン酸亜鉛のように焼結過程で金属成分(コバルト)を気化・放出することもなく、従って、有機酸コバルト金属石けんを粉末冶金用潤滑剤として用いた場合には、気化金属成分による製品の汚染や炉壁の損傷を引き起こすことなく高品質の焼結体を得ることが可能である。

【0009】b) また、粉末冶金用原料混合粉に有機酸コバルト金属石けんを添加・混合して焼結を行うと、その際の加熱により有機酸コバルト金属石けん中のコバルトが焼結体中に残留してマトリックスに拡散する現象が起きると共に、この現象により焼結が促進され、得られる焼結体の強度が向上する。

【0010】本発明は、上記知見事項等に基づいてなされたもので、次の1)乃至6)項に記載される各事項によって構成されるところを特徴とするものである。

1) 有機酸コバルト金属石けんを成分とする、粉末冶金用原料粉末への添加剤。

2) 有機酸コバルト金属石けんを成分とする、粉末冶金用原料粉末へ添加する潤滑剤。

3) 粉末冶金用原料粉末に有機酸コバルト金属石けんを成分とする添加剤を添加して混合し、この混合粉末を金型成形してから焼結することを特徴とする、焼結体の製造方法。

4) 粉末冶金用原料粉末が銅系金属の粉末冶金材料である、上記3)項に記載の焼結体の製造方法。

5) 粉末冶金用原料粉末が鉄系金属の粉末冶金材料である、前記3)項に記載の焼結体の製造方法。

6) 粉末冶金用原料粉末に対する有機酸コバルト金属石けんの添加割合を0.1～2.0重量%とする、前記3)乃至5)項の何れかに記載の焼結体の製造方法。

【0011】上述のように、本発明は、「粉末冶金用原料粉末に添加・混合して原料粉末の潤滑性向上効果、焼結体製品の強度向上効果を確保するための添加剤を有機酸コバルト金属石けんから成る構成とすることにより、製品の汚染や焼結炉の炉壁損傷を生じることなく高

品質の焼結体製品が得られるようにした点」あるいは「粉末冶金用原料粉末に“有機酸コバルト金属石けんを成分とする添加剤”を添加して混合し、この混合粉末を金型成形し焼結して焼結体を製造することにより、製品の外観汚染や焼結炉の炉壁損傷を引き起こすことなく高品質の焼結体製品を安定製造し得るようにした点」を骨子とするものであるが、粉末冶金用原料粉末としては特に制限されるものではなく、銅系金属(Cu又はCu合金)粉、鉄系金属(Fe又はFe合金)粉、ニッケル系金属(Ni又はNi合金)粉、硬質分散相となる物質(炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物)の粉末と結合相となる金属(Fe, Mo, Co, Al等)の粉末、セラミックス粉末等の何れであっても良い。

【0012】なお、有機酸コバルト金属石けんから成る粉末冶金用添加剤は微粉状の形態とするのが好ましく、またその使用法は従来から粉末冶金用潤滑剤として用いられていたステアリン酸亜鉛の場合と同様で良い。即ち、粉末冶金法により焼結体を製造するに際しては、まず目指す焼結体の組成に合わせて1種又は複数成分の粉末原料を必要な割合で混合して原料粉末を作成するが、この混合時に、次の成形工程における金型潤滑に必要な(あるいは焼結体に所望強度を付与するのに必要な)有機酸コバルト金属石けんを好ましくは微粉末形態で0.1～2.0重量%添加して混合する。そして、この混合原料粉末を金型成形し、焼結を行って焼結体を作成すれば良い。

【0013】ここで、粉末冶金用原料粉末に添加・混合する有機酸コバルト金属石けんの添加割合は、粉末冶金用原料粉末の種類に関わりなく0.1～2.0重量%に調整するのが良い。なぜなら、有機酸コバルト金属石けんの添加割合が0.1重量%未満であると所望の潤滑性向上効果、焼結体強度の向上効果を安定して得るのが難しく、一方、2.0重量%を超える割合で添加するとマトリックス粉末粒子間に入り込む有機酸コバルト金属石けん粒子が多くなり、焼結を阻害して強度低下を招くからである。

【0014】

【作用及び効果】さて、粉末冶金用潤滑剤として従来から使用されていたステアリン酸亜鉛とは異なり、本発明に従って有機酸コバルト金属石けんを粉末冶金用添加剤として使用した場合には、これを添加・混合した原料粉末の焼結中にコバルト成分が気化して“焼結体製品の外観汚染”や“炉壁損傷”の原因となることはない。これは、有機酸コバルト金属石けんが焼結工程で加熱されてもコバルト成分を気化・放出することがなく、コバル

ト成分は焼結体中に残留するためである。

【0015】しかも、有機酸コバルト金属石けんはステアリン酸亜鉛と同等の優れた潤滑性を発揮するため、これを添加剤として原料粉末に混合することで、原料粉末の圧縮効果が顕著に向上して圧粉体を均一で高い密度とすることができると共に圧粉体の成形歩留りが高まり、かつ焼結体の寸法精度や表面性状も増して優れた焼結体製品品質を確保できるようになる。

【0016】更に、前述したように、有機酸コバルト金属石けんを配合した粉末冶金用原料粉末を焼結すると有機酸コバルト金属石けん中のコバルトが焼結体中に残留するが、更に焼結過程での加熱によってこのコバルトがマトリックスに拡散するため焼結が促進され、焼結体の強度を向上する。従って、有機酸コバルト金属石けんを粉末冶金用添加剤として使用することにより焼結体製品の強度を効果的に向上させることも可能となる。

【0017】なお、本発明において有機酸コバルト金属石けんとは、例えば $(RCOO)_2Co$ 又は $(RCOO)_2Co \cdot nH_2O$ ($n=1\sim 2$)等で表される飽和脂肪酸コバルト(R:炭素数;12～36)を意味する。飽和脂肪酸としては、直鎖上のステアリン酸、パルチミン酸等、環状のナフテン酸等が例示される。ここで、炭素数が12未満の場合は飽和脂肪酸コバルトが固体(粉末)とならず、一方、炭素数が36を超えると潤滑性が低下するので、何れも好ましくない。そして、飽和脂肪酸コバルトの中でステアリン酸コバルトが潤滑性等の特性を考慮に入れると最も好ましい。

【0018】以下、本発明の効果を、実施例により比較例と対比しながら更に具体的に説明する。

【実施例】

〔実施例1〕Cu-10重量%Sn組成の銅合金粉(粒度:-150 μm)にステアリン酸コバルト粉末(粒度:-45 μm , 平均粒径:13 μm)を0.3重量%あるいは0.5重量%添加して10分間混合した原料粉末を用い、直径:9.5mm×長さ:9.5mmの円柱状試験片を金型で加圧成形したが、この時の「金型から試験片を抜き出す際の抜き出し力」と「成形した試験片の圧粉密度」を測定した。

【0019】また、比較のため、市販のステアリン酸亜鉛粉末(粒度:-45 μm , 平均粒径:13 μm)を用いて上記と同様の試験を行った。これらの結果を整理して表1に示す。

【0020】

【表1】

表 1

潤滑剤の添加量 (重量%)	成形圧力 (t/cm ²)	測定項目	添加した潤滑剤の種類	
			ステアリン酸コバルト (本発明例)	ステアリン酸亜鉛 (比較例)
0.3	1.5	圧粉密度(g/cm ³)	5.66	5.77
		抜き出し力(kg)	22	23
	2.0	圧粉密度(g/cm ³)	6.04	6.15
		抜き出し力(kg)	34	37
	2.5	圧粉密度(g/cm ³)	6.35	6.45
		抜き出し力(kg)	53	54
	3.0	圧粉密度(g/cm ³)	6.59	6.69
		抜き出し力(kg)	80	79
0.5	1.5	圧粉密度(g/cm ³)	5.68	5.81
		抜き出し力(kg)	18	17
	2.0	圧粉密度(g/cm ³)	6.06	6.17
		抜き出し力(kg)	29	27
	2.5	圧粉密度(g/cm ³)	6.34	6.48
		抜き出し力(kg)	47	49
	3.0	圧粉密度(g/cm ³)	6.59	6.73
		抜き出し力(kg)	72	79

【0021】表1に示される結果からも明らかなように、ステアリン酸コバルトを添加した混合粉は、市販ステアリン酸亜鉛を添加した混合粉とほぼ同等の優れた成形性を有していることが分かる。

【0022】〔実施例2〕何れも粒度が $-150\mu\text{m}$ の電解銅粉と錫粉とを重量比「91:9」で配合した混合粉末にステアリン酸コバルト（粒度： $-45\mu\text{m}$ 、平均粒径： $13\mu\text{m}$ ）を0.25重量%、0.5重量%あるいは1.0重量%添加し混合した原料粉末を用い、寸法が「内径： 10mm ×外径： 18mm ×長さ： 7mm 」で圧粉密度が 6.4g/cm^3 の軸受型圧粉体を金型にて加圧成形した。次に、こ

の圧粉体を水素気流中にて $780^\circ\text{C}\times 30\text{min}$ の条件で焼結し、得られた焼結体の焼結特性（圧環強さ）を測定した。

【0023】また、比較のため、市販のステアリン酸亜鉛粉（粒度： $-45\mu\text{m}$ 、平均粒径： $13\mu\text{m}$ ）を上記銅粉と錫粉との混合粉末に0.5重量%添加して混合した原料粉末を用い、上記と同様の方法で軸受型焼結体を作成して圧環強さを測定した。これらの結果を整理して表2に示す。

【0024】

【表2】

	添加した潤滑剤の種類	添加量 (重量%)	圧環強さ (kg/mm ²)
本発明例	ステアリン酸コバルト	0.25	23.7
		0.5	21.9
		1.0	20.5
比較例	ステアリン酸亜鉛	0.5	20.6

【0025】表2に示される結果から明らかなように、ステアリン酸コバルトを添加剤として添加して成形し焼結した焼結体は、ステアリン酸亜鉛を添加したものに比べて圧環強さが向上している。

【0026】〔実施例3〕何れも粒度が $-150\mu\text{m}$ の還元鉄粉と電解銅粉とを重量比「98:2」で配合した混合粉末にステアリン酸コバルト（粒度： $-45\mu\text{m}$ 、平均粒径： $13\mu\text{m}$ ）を0.8重量%添加し混合した混合粉末を用い、成形圧力： 4.0t/cm^2 にて寸法が「内径： 10mm ×外径： 18mm ×長さ： 7mm 」の軸受型圧粉体を金型にて加圧成形した。次に、この圧粉体を水素気流中にて1

$100^\circ\text{C}\times 30\text{min}$ の条件で焼結し、得られた焼結体の焼結特性（焼結密度、圧環強さ）を測定した。

【0027】また、比較のため、市販のステアリン酸亜鉛粉（粒度： $-45\mu\text{m}$ 、平均粒径： $13\mu\text{m}$ ）を上記鉄粉と銅粉との混合粉末に0.8重量%添加して混合した原料粉末を用い、上記と同様の方法で軸受型焼結体を作成して焼結特性（焼結密度、圧環強さ）の測定を行った。これらの結果を整理して表3に示す。

【0028】

【表3】

	添加した潤滑剤の種類	添加量 (重量%)	圧粉密度 (g/cm ³)	焼結密度 (g/cm ³)	圧環強さ (kg/mm ²)
本発明例	ステアリン酸コバルト	0.8	6.63	6.62	49.2
比較例	ステアリン酸亜鉛	0.8	6.63	6.60	47.9

【0029】表3に示される結果から明らかなように、ステアリン酸コバルトを添加剤として添加して成形し焼結した焼結体は、ステアリン酸亜鉛を添加したものに比べて圧環強さが向上している。また、成形圧力：4.0t/cm²にて加圧成形した圧粉体の密度（圧粉密度）がステアリン酸コバルトを添加した場合とステアリン酸亜鉛を添加した場合とで同程度であったことから、原料粉末の圧縮性についてはステアリン酸コバルトを添加した場合でもステアリン酸亜鉛を添加した場合と同じく良好である

ことが分かる。

【0030】

【効果の総括】以上に説明した如く、この発明によれば、製品の外観汚染や焼結炉の炉壁損傷を生じることのない粉末冶金原料用の潤滑性向上、製品強度向上添加剤を提供することができ、また該添加剤を使用して高品質の焼結体製品を作業性良く安定製造することを可能ならしめるなど、産業上有用な効果がもたらされる。